

Re PCT/PTO 08 FEB 2005

PCT/JP 03/10321

日本国特許庁  
JAPAN PATENT OFFICE

13.08.03

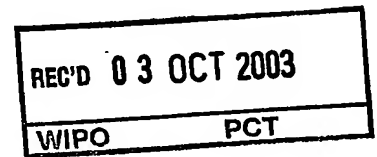
別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日 2002年 8月14日  
Date of Application:

出願番号 特願2002-236338  
Application Number:  
[ST. 10/C]: [JP 2002-236338]

出願人 クラリアント ジャパン 株式会社  
Applicant(s):



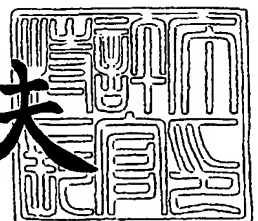
PRIORITY DOCUMENT  
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN  
COMPLIANCE WITH  
RULE 17.1(a) OR (b)

BEST AVAILABLE COPY

2003年 9月19日

特許庁長官  
Commissioner,  
Japan Patent Office

今井康夫



【書類名】 特許願

【整理番号】 13792601

【提出日】 平成14年 8月14日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 B65D

【発明の名称】 液体化学薬品保管および運搬容器

【請求項の数】 4

【発明者】

    【住所又は居所】 静岡県小笠郡大東町千浜 3 8 1 0 クラリアントジャパ  
                        ン株式会社内

    【氏名】 山 元 研 二

【発明者】

    【住所又は居所】 静岡県小笠郡大東町千浜 3 8 1 0 クラリアントジャパ  
                        ン株式会社内

    【氏名】 若 松 裕 己

【特許出願人】

    【識別番号】 397040605

    【住所又は居所】 東京都文京区本駒込二丁目 2 8 番 8 号 文京グリーンコ  
                        ート センターオフィス 9 階

    【氏名又は名称】 クラリアント ジャパン株式会社

【代理人】

    【識別番号】 100075812

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 吉 武 賢 次

【選任した代理人】

    【識別番号】 100091487

    【弁理士】

    【氏名又は名称】 中 村 行 孝

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100094640

【弁理士】

【氏名又は名称】 紺 野 昭 男

## 【選任した代理人】

【識別番号】 100107342

【弁理士】

【氏名又は名称】 横 田 修 孝

## 【手数料の表示】

【予納台帳番号】 087654

【納付金額】 21,000円

## 【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 液体化学薬品保管および運搬容器

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

外筒と内筒からなる二重構造を有する液体化学薬品用容器であって、外筒と内筒の間の空隙が実質的に真空であるか、あるいは該空隙に断熱材が充填されていることを特徴とする液体化学薬品用容器。

【請求項 2】

充填された液体化学薬品の温度調整をするための温度調節装置をさらに具備してなることを特徴とする請求項 1 記載の液体化学薬品用容器。

【請求項 3】

液体化学薬品が、電子材料用薬液である、請求項 1 または 2 に記載の液体化学薬品用容器。

【請求項 4】

液体化学薬品が、フォトレジスト組成物である、請求項 4 に記載の液体化学薬品用容器。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の背景】

発明の分野

本発明は、液体の化学薬品の保管用および／または運搬用容器に関するものである。さらに詳細には、本発明は電子材料用薬液、例えばフォトレジスト組成物、特に感光性反射防止膜組成物などの温度に敏感な薬液、リンス液、現像液、剥離液、エッチング液、および溶剤など、の保管用および／または運搬用容器に関するものである。

【0002】

背景技術

フォトレジストなどの電子材料用薬液は、従来、製造所においてガラスビン、ポリエチレン、ポリプロピレンなどのプラスチック容器などに充填され、運搬さ

れるのが一般的であった。最近では、ステンレス製の容器の中にプラスチック製の袋を入れ、その中に電子材料用薬液を充填して運搬したり、薬液の種類によってはタンク・ローリーで運搬されたりしている。特公平6-99000号公報には、ボトルまたはオーバーパック内に使い捨てフィルムパウチを使用する容器が、特開平11-292933号公報、特開平9-95565号公報、および特開2000-153865号公報などには、不純物の混入を抑制することができる、高純度の薬液の保存等に適したプラスチック容器が開示されている。

#### 【0003】

また、電子材料用薬液の中には、薬液を安定に保存する等の為に温度調整を必要とするものがある。特にフォトレジスト組成物など、常温で保存すると感度が変化してしまうため、品質保持には温度調整が必須である。そのような薬液においては、従来、薬液をガラス製またはプラスチック製の容器に充填した後で、容器ごと温度調整しながら保管または運搬するのが一般的である。このとき、保管の際には容器ごと保管するために冷蔵倉庫が必要であり、運搬の際には、保冷剤を使用したり、保冷車が必要となる。さらに電子材料用薬液は、消防法などに危険物として指定されている化合物を含む薬液も多く、保存には保冷危険物倉庫が必要となることも多い。このように、従来の容器では、保管または運搬の際の取り扱いが不便であり、また、保管または運搬のための設備費用もかさむため、より便利で安全に取扱いやすく、薬液の保存安定性をもたらす容器が求められている。

#### 【0004】

##### 【発明の概要】

本発明は、上記のような状況に鑑み、容器に充填された電子材料用薬液などの液体化学薬品が温度変化によって分解したり、沈澱物を発生することなく、安定的に保管または運搬することができる容器を提供することを目的とするものである。

#### 【0005】

本発明者らは、鋭意研究、検討を行った結果、容器を外筒と内筒からなる二重構造とし、外筒と内筒の間の空隙を実質的に真空状態にするか、あるいは該空隙

に断熱材を充填することによって上記目的を達成できることを見出した。さらには容器自体に温度調整機能を付与することにより、より長時間、薬液を安定に保存できることを見出した。本発明はこれらの知見によって達成されたものである。

#### 【0006】

即ち、本発明の液体化学薬品用容器は、外筒と内筒からなる二重構造を有する液体化学薬品用容器であって、外筒と内筒の間の空隙が実質的に真空であるか、あるいは該空隙に断熱材が充填されていることを特徴とするものである。

#### 【0007】

##### 【発明の具体的説明】

本発明の容器の構造の例として図1～4に示された構造を挙げることができる。

#### 【0008】

図1を参照しながら、本発明のひとつの態様を説明すると以下の通りである。

本発明による容器は外筒11と内筒12とからなる二重構造を有する。容器を構成する外筒および内筒の材質としては、ステンレス、鉄、真鍮などの金属、あるいはポリエチレン、ポリプロピレン、フッ素樹脂等のプラスチック等、容器への加工が可能な材質を挙げることができる。外部からの物理的な応力に対する耐性が高いという点で金属を用いることが好ましく、また内部に充填する薬液と化学的に反応しにくく、薬液に不純物を溶出させにくいという点でプラスチック材料を用いることが好ましい。容器の外筒と内筒とで必ずしも同じ材料を用いる必要はなく、それぞれの目的に応じて材料を選択することができる。

#### 【0009】

内筒は、内部に充填する薬液の種類により適当な材質が選択されるべきである。すなわち、充填する薬液と直接接触する内筒は、薬液とは反応性がないことが好ましく、また薬液に対して溶解性のない材質で形成されることが好ましい。具体的な好ましい材質はフッ素樹脂、SUS306などである。また、後述するように、内筒の外側に温度調節用の部材を接触させて設置する場合には、温度調節用部材と充填された薬液との間の熱交換効率を改善するために、内筒は熱伝導性

が高い材質からなることが好ましい。このような材質として金属材料が挙げられるが、金属材料は一般に薬液に溶解したり、薬液と反応したりしやすい。従って、熱伝導性と薬液に対する耐性とを両立するために、内筒の薬液と接触する面に化学薬品耐性の強い樹脂類をコーティングすることも好ましい。特に、電子材料を充填する場合、薬液中に金属が溶出すると薬液の性能が著しく損なわれることがあるので、薬液が金属が溶出しやすい材質と接触しないような構造とすることが好ましい。

#### 【0010】

一方、外筒は、運搬時などに受ける衝撃などに対する耐性が大きいことが好ましい。そして、保温性の観点から熱伝導性が低い材料からなることが好ましい。

#### 【0011】

図1に示される本発明による容器において、外筒11と内筒12との間の空隙13は密閉されており、その空隙は実質的に真空となっている。実質的に真空とは、真空度が例えば100Pa以下、好ましくは1Pa以下、より好ましくは0.01Pa以下、であることをいうが、容器に要求される保温効果に応じて変化する。

#### 【0012】

本発明による容器は、必要に応じてフタ部材（図示せず）により密栓される。本発明はこのような構成によって、容器内部の薬液と容器外部との温度交換を抑制し、内部の薬液を保温することができる。さらに好ましくは、図1に示される、温度調整装置14を具備してなることが好ましい。

#### 【0013】

温度調節装置14は、容器に充填する薬液を保存するのに有効な温度に設定できるものであれば特に制限されない。薬液としてフォトレジスト組成物などを充填する場合には、従来からそのような薬液を保存するのに使用されている-20～10℃程度の温度調節が可能な装置を使用できる。図1において、温度調整装置14は、温度調整用配管15に冷媒を循環させて内筒12内側に充填された薬液の温度を調整する。

#### 【0014】

温度調整装置に用いる冷媒としては、例えばHCF C-22、123、141b、142b、および225等のハイドロ塩化フッ化炭素化合物、HFC-32、125、134a、143a、および152a等のハイドロフッ化炭素化合物、アンモニア等が使用できる。これらの内、環境問題を考慮すると、オゾン層破壊物質に該当せず、しかも無毒性、かつ不燃性のハイドロフッ化炭素化合物が好ましい。

#### 【0015】

図1の容器において、冷媒循環用の配管は、必要に応じてバルブ16aおよび16bを設けて、そこで切り離すことができる。容器が比較的小容量、例えば50～500リットル、の場合、容器本体と温度調節器とを切り離して、容器本体だけを独立して運搬または保管することもできる。本発明による容器は、温度調節器がなくても保温効果があるため、温度調節器を切り離すことも可能である。そして、このように容器本体と温度調節器とを切り離し可能とすることで、複数の容器で温度調節器を兼用することができるので、経済的にも有利である。

#### 【0016】

図2は、本願発明による他の態様を示すものである。この例では、外筒と内筒とで構成された容器の外筒外側に温度調節器が装着され、容器と一体化している。比較的大容量、例えば1立方メートル程度、の容器の場合は、図2に示されるように、温度調節器14が容器本体と一体化したもので運搬および保存することもできる。また、図2に示される容器においては、充填された薬液中に温度調整用配管15が直接接触する構造となっている。このとき、温度調整用配管そのもの、またはその外側表面は充填された薬液と反応しないか、反応しにくい材料で形成されていることが好ましい。

#### 【0017】

図3および図4に示される、本発明による容器の例は、温度調整用配管15が、容器の開口部から挿入されるものである。この温度調整用配管は容器のフタと一体化させることもできる。容器をこのような構造とすることで、その製造がより簡便になる。

#### 【0018】



図 3 に示された例では、外筒 11 と内筒 12 との間に断熱材 31 が挿入されている。内筒と外筒との間の空隙に充填される断熱材の材質としては、断熱効果のあるものであれば特に制限されないが、例えばグラスウール、ロックウール、珪酸カルシウム、パーライト、発泡スチロール、硬質ウレタン、軟質ウレタン、ポリエチレン、フェノールフォーム、およびポリスチレンフォームなどを挙げることができる。なお、このように断熱材を用いる場合には、外筒と内筒との間の空隙は必ずしも密閉されていなくてもよい。

#### 【0019】

図 4 に示された例では、外筒と内筒との間の空隙が実質的に真空とされている。この例の場合、温度調整用配管を容器の開口部から投入する形態とするために内筒に熱伝導性材料を用いる必要がないので、設計の自由度が保たれる。

#### 【0020】

容器の形状、温度調節のための冷媒を導通する温度調整用配管の形状、配置方法、または位置等はこれらの例に限定されることはなく、その他の条件に応じて変更することが可能である。

#### 【0021】

##### 【実施例】

以下に本発明を実施例により具体的に説明するが、本発明の態様がこれらの実施例にのみ限定されるものではない。

#### 【0022】

##### 実施例 1

クラリアントジャパン社製ポジ型フォトレジスト AZ1350 を図 1 で示される容器に充填し、容器内容物の設定温度を 5℃ となるように保管した。そして、充填直後、1 ヶ月後、3 ヶ月後、6 ヶ月後の感度およびレジスト中の 0.5  $\mu\text{m}$  以下の微粒子数の測定を行った。得られた結果はそれぞれ表 1 および表 2 に示す通りであった。

#### 【0023】

##### 感度測定

クラリアントジャパン社製 AZ1350 を 4 インチシリコンウェハー上に回転

塗布し、100℃、90秒間ホットプレートにてベーク後、1.5μm厚のレジスト膜を得た。このレジスト膜にGCA社製g線ステッパー(DSW6300)にて1mm四方の抜きパターンを露光し、2.38重量%水酸化テトラメチルアンモニウム水溶液で23℃、60秒間現像することで、抜きパターンを形成した。その後顕微鏡で観察を行い、レジスト膜がなくなった露光量を最適露光量とした。また感度の変化割合は、(初期感度-Xヶ月後の感度)/初期感度として計算した。

#### 【0024】

尚、一般にレジストの感度は、経時的に感光剤が分解して溶解抑止力が低下し、感度が早くなる、すなわち高感度方向にシフトする。

#### 【0025】

##### 微粒子測定

クラリアントジャパン社製AZ1350をリオン社製パーティクルカウンター(KL-20A)で測定した。

#### 【0026】

##### 比較例

内容物温度によるレジストの感度およびレジスト保管中に発生する微粒子数への影響を調べるために、内容物温度を常温(23℃、比較例1)及び40℃(比較例2)にすること以外は、実施例1と同様に行った。得られた結果は表1および表2に示すとおりであった。

#### 【0027】

表1. 感度の変化割合

	温度(℃)	スタート	1ヶ月後	3ヶ月後	6ヶ月後
実施例1	5	0	0.1	0.3	0.3
比較例1	23	0	0.5	0.8	1.6
比較例2	40	0	3.2	5.1	12.6

#### 【0028】

表2. 微粒子数変化

	温度(℃)	スタート	1ヶ月後	3ヶ月後	6ヶ月後
--	-------	------	------	------	------

実施例 1	5	1	3	2	2
比較例 1	23	1	10	23	43
比較例 2	40	1	153	589	>1000

## 【0029】

## 【発明の効果】

以上詳述したように、本発明による液体化学薬品用容器を用いれば、液体化学薬品、特に電子材料用薬液、例えばフォトレジスト、リンス液、現像液、剥離液、エッチング液、または溶剤などを適温で保管および／または運搬することができ、薬液の温度変化による特性の劣化を防止することができ、品質を維持することができる。

## 【図面の簡単な説明】

## 【図 1】

本発明による、液体化学薬品用容器の要部破断側面断面図（a）および上面断面図（b）。

## 【図 2】

本発明による、液体化学薬品用容器の断面図。

## 【図 3】

本発明による、液体化学薬品用容器の断面図。

## 【図 4】

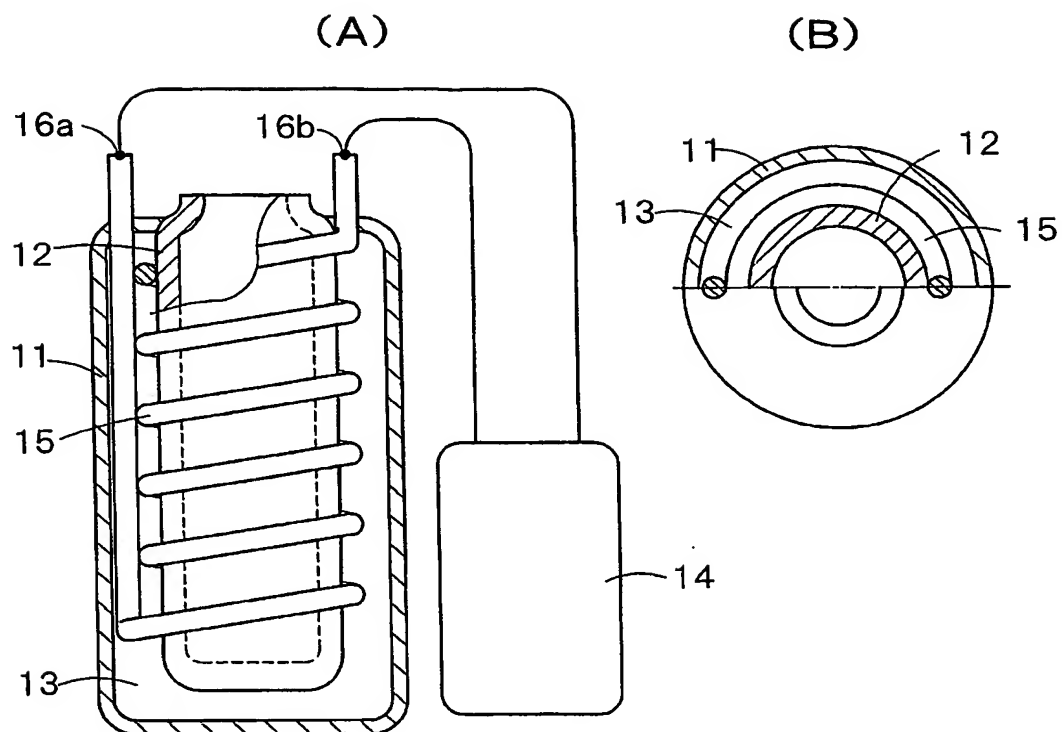
本発明による、液体化学薬品用容器の断面図。

## 【符号の説明】

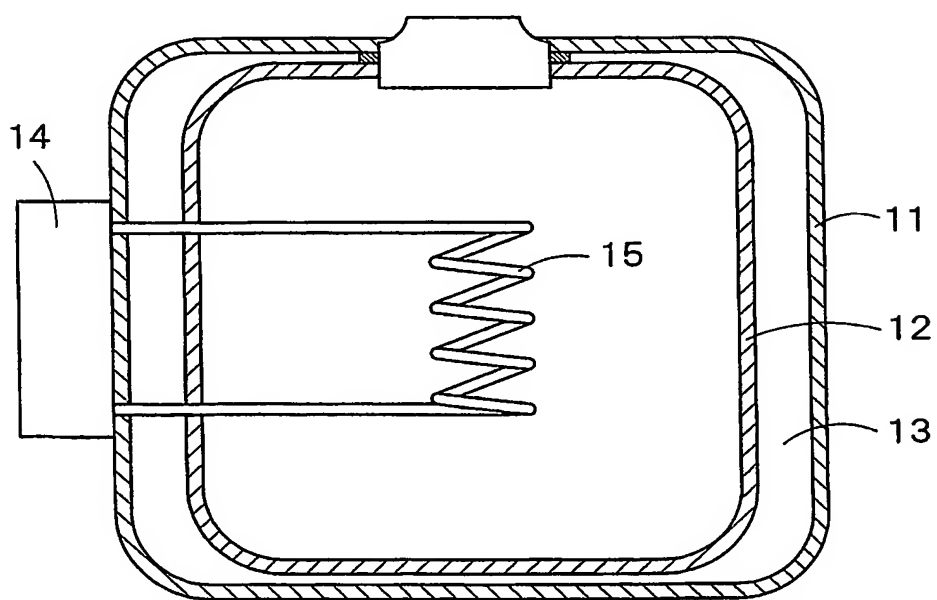
- 11 外筒
- 12 内筒
- 13 空隙
- 14 温度調節器
- 15 温度調整用配管
- 16a、16b バルブ
- 31 断熱材

【書類名】 図面

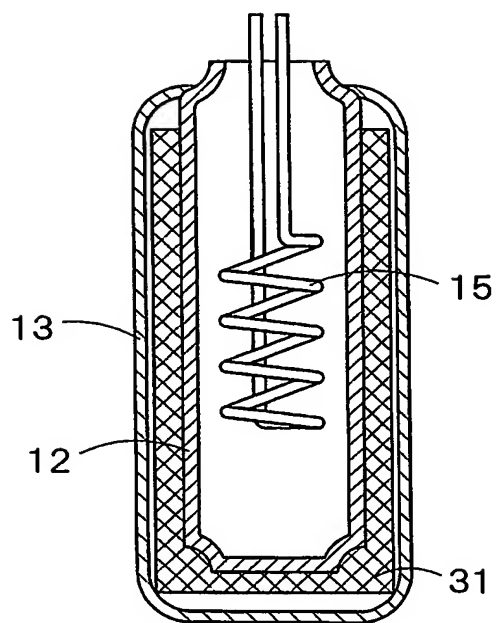
【図 1】



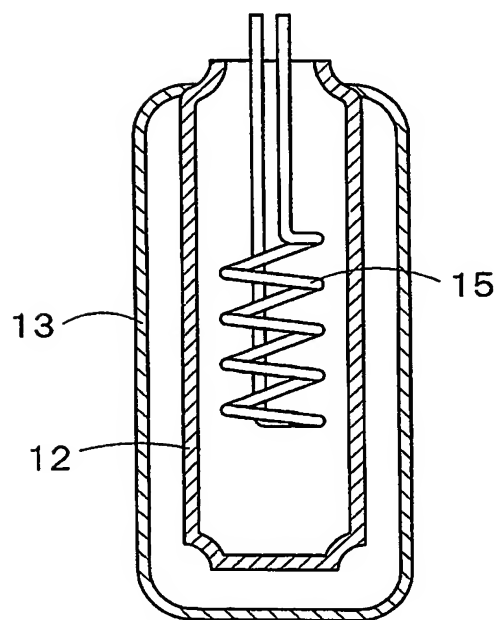
【図 2】



【図 3】



【図 4】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 液体化学薬品を保温しながら運搬および／または保存するための容器の提供。

【解決手段】 外筒と内筒からなる二重構造を有し、外筒と内筒の間の空隙が実質的に真空であるか、あるいは該空隙に断熱材が充填されていることを特徴とする液体化学薬品用容器。さらに、充填された薬液の温度調節器を具備してなることもできる。

【選択図】 図 1

特願 2002-236338

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号

[397040605]

1. 変更年月日            1997年   7月 11日  
    [変更理由]        新規登録  
        住   所        兵庫県神戸市中央区港島中町六丁目1番地   神戸商工会議所ビル  
        氏   名        クラリアント   ジャパン   株式会社
  
2. 変更年月日            1998年   5月   7日  
    [変更理由]        住所変更  
        住   所        東京都文京区本駒込二丁目28番8号   文京グリーンコート  
                        センターオフィス9階  
        氏   名        クラリアント   ジャパン   株式会社

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning  
Operations and is not part of the Official Record**

**BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☐ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☒ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☐ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: \_\_\_\_\_

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.**